



(19) SU (11) 1 786 020 (13) A1
(51) МПК

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО
ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ
СССР

(21), (22) Заявка: 4880550, 17.10.1990

(46) Дата публикации: 07.01.1993

(56) Ссылки: Авторское свидетельство СССР №
1643526, кл. С 07 С 87/14, 1985.

(98) Адрес для переписки:
11 450054 УФА, ПР.ОКТАБРЯ 71

(71) Заявитель:
ИНСТИТУТ ХИМИИ БАШКИРСКОГО
НАУЧНОГО ЦЕНТРА УРАЛЬСКОГО
ОТДЕЛЕНИЯ АН СССР

(72) Изобретатель: ДЖЕМИЛЕВ УСЕИН
МЕТЕОВИЧ,
СЕЛИМОВ ФАРИД
АБДРАХМАНОВИЧ, ТОЛСТИКОВ ГЕНРИХ
АЛЕКСАНДРОВИЧ, АBAЗХОДЖАЕВ МАДЖИТ
ХАДЖИМУРАТОВИЧ, ХАСАНОВ ТИМУР
КАСЫМОВИЧ, ЗАКИРОВ ОМАН
ЗАКИРОВИЧ, ХАФИЗОВ ВЯЧЕСЛАВ
РАФИСОВИЧ, БИЧАРОВ АЛЕКСАНДР
ВАСИЛЬЕВИЧ, ЯМАЛЕЕВ АЛЬБЕРТ
МАСАГУТОВИЧ, ФАХРЕТДИНОВ РИВАЛЬ
НУРЕТДИНОВИЧ 11 450054 00А,

ИД.ИЗОВАДБ 122/3-6211 450083 00А, В.ЦИДАА
52-211 450076 00А, ЮЗВЕИА 54-4917 700015
0А0ЕА10, А.ИЕДААА0НЕАВ 12717 700140
0А0ЕА10 АНУ НАИЕБ, НА1А0ИД1АВ 2517
700011 0А0ЕА10, 0-14 7-7411 750099 00А,
0УЕУНЕ1А1 10-517 700140 0А0ЕА10 НАИЕБ,
НА1А0ИД1АВ 1511 450076 00А, АА000Е
27/1-1911 450009 00А, ВАСАИНЕАВ 4-32

(54) N,N @ -тетраметилметилендиамин уксуснокислый, проявляющий иммуностимулирующую активность
против вилта хлопчатника

SU 1786020 A1

SU 1786020 A1



(19) **SU** ⁽¹¹⁾ **1 786 020** ⁽¹³⁾ **A1**
(51) Int. Cl.

STATE COMMITTEE
FOR INVENTIONS AND DISCOVERIES

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

- (71) Applicant:
INSTITUT KHIMII BASHKIRSKOGO
NAUCHNOGO TSENTRA URALSKOGO
OTDELENIYA AN SSSR
- (72) Inventor: DZHEMILEV USEIN MEMETOVICH,
SELIMOV FARID
ABDRAKHMANOVICH, TOLSTIKOV GENRIKH
ALEKSANDROVICH, AVAZKHODZHAEV
MADZHIT KHADZHIMURATOVICH, KHASANOV
TIMUR KASYMOVICH, ZAKIROV OMAN
ZAKIROVICH, KHAFIZOV VYACHESLAV
RAFISOVICH, BICHAROV ALEKSANDR
VASILEVICH, YAMALEEV ALBERT
MASAGUTOVICH, FAKHRETDINOV RIVAL
NURETDINOVICH

(54) N- @@@-TETRAMETHYLMETHYLENE DIAMINE ACETOUS HAVING IMMUNOSTIMULATING ACTIVITY
AGAINST COTTON-PLANT WITHERING

(57)
Использование: в качестве препарата,
обладающего иммунбстимулирую щей
активностью против вилта хлопчатника.
Сущностьизобретения: продукт N,N

-тетраметилметилеНдиамин укуснокислый,
БФ C7H18N2O2, т., разл. ; J30°C.
Реагент 1: тетраметилметилендиамин.
Реагент 2: CH3COOH. Условия реакции: в
воде, в течение 3-5 ч при 20°C. 2 табл.

SU 1786020 A1

SU 1786020 A1



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

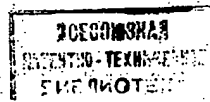
(19) SU (11) 1786020 A1

(51) S C 07 C 211/63, A 01 N 33/12

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

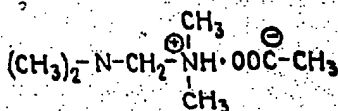
К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 4880550/04
(22) 17.10.90
(46) 07.01.93. Бюл. № 1
(71) Институт химии Башкирского научного центра Уральского отделения АН СССР
(72) У.М.Джемилев, Ф.А.Селимов, Г.А.Толстиков, М.Х.Авазходжаев, Т.К.Хасанов, О.З.Закиров, В.Р.Хафизов, А.В.Бичаров, А.М.Ямалеев и Р.Н.Фахретдинов
(56) Авторское свидетельство СССР № 1643526, кл. С 07 С 87/14, 1985.
(54) N,N'-ТЕТРАМЕТИЛМЕТИЛЕНДИАМИН УКСУСНОКИСЛЫЙ, ПРОЯВЛЯЮЩИЙ

ИММУНОСТИМУЛИРУЮЩУЮ АКТИВНОСТЬ ПРОТИВ ВИЛТА ХЛОПЧАТНИКА
(57) Использование: в качестве препарата, обладающего иммуностимулирующей активностью против вилта хлопчатника. Сущность изобретения: продукт N,N'-тетраметилметиленидиамин уксуснокислый, БФ C₇H₁₈N₂O₂, т. разл. > 130°C. Реагент 1: тетраметилметиленидиамин. Реагент 2: CH₃COOH. Условия реакции: в воде, в течение 3-5 ч при 20°C. 2 табл.

Изобретение относится к новым химическим соединениям, конкретно к N,N'-тетраметилметиленидиамину уксуснокислому формулы I



проявляющему иммуностимулирующую активность против вилта хлопчатника.

Ввиду того, что в последнее десятилетие возрастает число болезней растений, а именно хлопчатника, особенно развитие вилта хлопчатника на различных стадиях развития растения, что приводит к снижению урожая до 27,5%, или на 2,1 млн. т в год, разработка и создание новых реагентов, способных успешно бороться с указанным

заболеванием, а также обладающих комплексом других полезных свойств, является актуальной задачей. В настоящее время не существует отечественных фунгицидных препаратов, применяемых при обработке вегетирующих растений, а именно в самый опасный момент прогрессирования вилта хлопчатника.

Близким аналогом по строению и свойствам является тетраметилметиленидиамин щавелевокислый. Однако к недостаткам препарата следует отнести низкую эффективность для борьбы с вилтом хлопчатника ~32,40% в 1988 г. и 40,0% в 1989 г. (контроль ~41,2% и 54,3% соответственно), незначительно количество увеличения числа коробочек, что приводит к невысоким прибавкам урожая (прибавка от применения указанного соединения составила 0,4 ц/га в 1988 г. и 3,7 ц/га в 1989 г. по отношению к контролю).

Цель изобретения — поиск новых соединений, способствующих повышению уро-

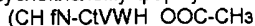
SU 1786020 A1

(19) SU (11) 1786020A1

SU 1786020 A1

BEST AVAILABLE COPY

Изобретение относится к новым химическим соединениям, конкретно к М,м-тетраметилметилендиамину уксуснокислому формулы Г



проявляющему иммуностимулирующую активность против вилта хлопчатника.

Ввиду того, что в последнее десятилетие возрастает число болезней растений, а именно хлопчатника, особенно развитие вилта хлопчатника на различных стадиях развития растения, что приводит к снижению урожая до 27,5%, или на 2,1 млн. т в год, разработка и создание новых реагентов, способных успешно бороться с указанным

заболеванием, а также обладающих комплексом других полезных свойств, является актуальной задачей. В настоящее время не существует отечественных фунгицидных препаратов, применяемых при обработке вегетирующих растений, а именно в самый опасный момент прогрессирования вилта хлопчатника.

Близким аналогом по Строению и свойствам является йетийметилён/йаймйищавёлевкись й. Однако к недостаткам препарата следует отнести низкую эффективность для борьбы с вилтом хлопчатника «32,40% в 1988г. и 40,0% в 1989 г. (контроль 41,2% и 3% соответственно), незначительно количества увеличения числа коробочек, что приводит к йевысоким прибавкам урожая (прибавка от применения указанного соединений составила 0,4 ц/га в 1988 г. и 3,7 ц/га в 1989г. по отношению к контролю).

Цель изобретения - поиск новых соединений, способствующих повышению урожайности хлопчатника и эффективных в борьбе с вилтом.

Цель достигается синтезом N,N-тетраметилметилендиамин уксуснокислого формулы I, проявляющего иммуностимулирующую активность против вилта хлопчатника. Соединение формулы I получено по известной методике в Институте химии Башкирского научного центра Уральского отделения АН СССР.

Сущность изобретения иллюстрируется следующими примерами. В стальной реактор V 2 л загружают при перемешивании 1 моль (102 г) тетраметилметилендиамин, 100 мл HgO и медленно при перемешивании добавляют при 20°C 1 моль (60 г) уксусной кислоты. Реакционную массу выдерживают при 20°C в течение 3-5 ч. Затем в вакууме отгоняют воду, полученная масса представляет собой бесцветную жидкость с температурой разложения примерно 130°C.

Спектр ПМР (д, м.д.): 2,41 с 6H, N- (CH₃)₂, 2,63 с 6H, N- (CH₃)₂, 3,3 (2H, CH₂, 3H, CH₃), 11 (1H, COOH).

Найдено, %: C 50,9; H 10,9; N 17,2.

C₇H₁₄N₂O₂, M+ 162.

Вычислено, %: C 51,65; H 11,11; N 17,28.

Полученный в результате проведения реакции водный раствор М,м

-тетрамётил- метилендиамин уксуснокислого представляет собой прозрачную жидкость, готовую к применению (наличие данного препарата в виде водного раствора создает дополнительные удобства в работе в полевых условиях, так как большинство известных фунгицидных препаратов не растворимы в воде и используются в виде эмульсий или смачивающихся порошков).

Испытание предлагаемого соединения осуществляли в течение 1988 и 1989 гг., в лабораторных и полевых условиях в Среднеазиатском научно-исследовательском институте защиты

растений, в Среднеазиатском отделении ВАСХНИЛ (г. Ташкент) по следующей методике.

а) Отдельные участки посевов хлопчатника в полевых условиях опрыскивали 0,1 %-ным водным раствором М,м-тетрамётилметилендиамин уксуснокислого. На 40-й день вегетации путем внешнего осмотра определяли процент заражения хлопчатника вилтом, затем замеряли рост растения, а в период плодообразования подсчитывали количество коробочек в среднем на 1 растение.

б) Отдельные участки посевов хлопчатника испытывали на искусственном вилтовом фоне. Испытание соединения осуществляли путем опрыскивания растущих растений в фазе 4-5 настоящих листьев, бутонизации и цветения-плодообразования. Норма расхода препарата составляла 3-5 кг/га в зависимости от степени поражения растения хлопчатника вилтом.

Результаты полевых испытаний, представленные в табл. 1, показывают, что при обработке наземной части растения 0,1%-ным водным раствором предлагаемого соединения (препарат назван Бисол-3) проявление вилта снижается на 7,0-12,0%, что позволяет дополнительно получить 2,0-8 ц/га хлопца-сырца.

Результаты по прибавке урожая были получены стабильно в течение 1988 и 1989 гг. (табл. 1). Площадь обработки составила 2 га, что позволяет в дальнейшем рекомендовать данное соединение к применению в промышленном масштабе.

Данные по повышению урожайности хлопчатника в зависимости от фазы обработки представлены в табл. 2.

Указанное соединение является малотоксичным, безвредным для пчел, рыб, шелкопряда (ЛД₅₀ 2500 мг/кг). Применение предлагаемого соединения только в условиях Узбекистана позволит получить дополнительно хлопца-сырца до 1 млн. т. Кроме того промышленная база для производства

N,N-тетрамётилметилендиамин уксуснокислого в СССР имеется и полностью будет обеспечена отечественным сырьем.

Таким образом, предлагаемое соединение имеет ряд преимуществ по сравнению с известным.

Высокая степень защиты хлопчатника от вертициллезного увядания. Растение, обработанное на искусственно зараженном фоне, защищено на 7-12%, что позволяет увеличить сохранность посевов

SU 1786020 A1

SU 1786020 A1

Таблица 1

заболеваниями, а также обладающими комплексом других полезных свойств, является восточный дикий миндаль. Он известен не только по своему отдаленному географическому положению, но и по своим лечебным свойствам. В нем содержится большое количество эфирного масла, которое оказывает благотворное влияние на организм человека. Восточный дикий миндаль является источником ценного эфирного масла, которое используется в медицине и косметологии.

SU 1786020 A1

BEST AVAILABLE COPY

Формула изобретения:

Результаты испытаний препарата Бисол-3 на урожайность хлопчатника, проводимых на территории УзССР в 1988 и 1989 гг.

Повышение урожайности хлопчатника в зависимости от фазы обработки (1989 г.)

Таблица 2

3 178620

жароустойчивости и эффективных в борьбе с вилтом.

Цель достигается синтезом N,N'-тетраметилметилдендимиана уксуснокислого формулы I, проявляющего инсектицидную активность против вилта хлопчатника. Соединение формулы I получено по известной методике в Институте химии Башкирского научного центра Уральского отделения АН СССР.

Сущность изобретения иллюстрируется следующим примером.

В стальной реактор V-2 л загружают при перемешивании 1 моль (102 г) тетраметилметилдендимиана, 100 мл H₂O и медленнее при перемешивании добавляют при 20°C 1 моль (80 г) уксусной кислоты. Реакционную массу выдерживают при 20°C в течение 3-5 ч. Затем в вакууме отгоняют воду, полученная масса представляет собой бесцветную жидкость с температурой разложения примерно 130°C.

Спектр ПМР (δ, м.д.): 2.41 с (8H, N-CH₃); 2.63 с (6H, N-CH₂); 3.2 (2H, CH₂-CH₂-N); 11 (1H, COOH).

Найдено: Ж, С: 59.9; Н: 10.9; N: 17.2. С₁₁H₁₈N₂O₂, M: 162.

Вычислено: Ж, С: 51.85; Н: 11.11; N: 17.28.

Полученная в результате промывания реакцией водный раствор N,N'-тетраметилметилдендимиана уксуснокислого представляет собой прозрачную жидкость, которую к применению (наличие данного препарата в виде водного раствора создает дополнительные удобства в работе в полевых условиях, так как большинство известных фунгицидных препаратов на растворимой основе и используется в виде эмульсий или смачивающихся порошков).

Испытание предлагаемого соединения осуществляли в течение 1988 и 1989 гг. в лабораторных и полевых условиях в Средневосточном научно-исследовательском институте защиты растений, в Средневосточном отделении ВАСХНИЛ (г. Ташкент) по следующей методике.

а) Отдельные участки посевов хлопчатника в полевых условиях опрыскивали 0.1% раствором N,N'-тетраметилметилдендимиана уксуснокислого. На 40-й день вегетации путем внешнего осмотра определяли процент заражения хлопчатника вилтом. Затем замирали рост растений, а в период плодообразования подсчитывали количество коробочек в среднем на 1 растение.

б) Отдельные участки посевов хлопчатника испытывали на искусственном вилто-

вом фоне. Испытания соединения осуществляли путем опрыскивания растущих растений в фазе 4-5 настоящих листьев, бутонизации и цветения-плодообразования. Нормы расхода препарата составляли 3-5 г/га в зависимости от степени поражения растения хлопчатника вилтом.

Результаты полевых испытаний, представленные в табл. 1, показывают, что при обработке нефермной части растения 0.1% водным раствором предлагаемого соединения (препарат назван Бисол-3) проявление вилта снижается на 7.0-12.0%, что позволяет дополнительно получить 2.0-8 ц/га хлопчатника.

Результаты по прибавке урожая были получены стабильно в течение 1988 и 1989 гг. (табл. 2). Площади обработки составили 2 га, что позволяет в дальнейшем рекомендовать данное соединение к применению в промышленном масштабе.

Данные по повышению урожайности хлопчатника в зависимости от фазы обработки представлены в табл. 2.

Указанное соединение является многолетним, безвредным для почв, рыб, шелкопряда (ЛД₅₀ = 2500 мг/кг). Применение предлагаемого соединения только в условиях Узбекистана позволит получить дополнительно хлопчатника сырья до 1 млн. т. Кроме того промышленная база для производства N,N'-тетраметилметилдендимиана уксуснокислого в СССР имеется и полностью будет обеспечена отечественным сырьем.

Таким образом, предлагаемое соединение имеет ряд преимуществ по сравнению с известным.

Высокая степень защиты хлопчатника от вертикального увядания. Растение, обработанное на искусственно зараженном фоне, защищено на 7-12%, что позволяет увеличить сохранность посевов хлопчатника в полевых условиях до 75-80%.

Повышение урожайности хлопчатника от 2.0 до 8.0 ц/га.

Наличие технологии и сырьевых источников в СССР, что позволит в короткие сроки внедрить препарат в промышленном масштабе.

Формула изобретения

N,N'-тетраметилметилдендимиан уксуснокислый формулы

$$(CH_3)_2N-CH_2-NH-C(=O)O-CH_3$$

проявляющий инсектицидную активность против вилта хлопчатника.

3 178620

4

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

70

75

80

85

90

95

100

105

110

115

120

125

130

135

140

145

150

155

160

165

170

175

180

185

190

195

200

205

210

215

220

225

230

235

240

245

250

255

260

265

270

275

280

285

290

295

300

305

310

315

320

325

330

335

340

345

350

355

360

365

370

375

380

385

390

395

400

405

410

415

420

425

430

435

440

445

450

455

460

465

470

475

480

485

490

495

500

505

510

515

520

525

530

535

540

545

550

555

560

565

570

575

580

585

590

595

600

605

610

615

620

625

630

635

640

645

650

655

660

665

670

675

680

685

690

695

700

705

710

715

720

725

730

735

740

745

750

755

760

765

770

775

780

785

790

795

800

805

810

815

820

825

830

835

840

845

850

855

860

865

870

875

880

885

890

895

900

905

910

915

920

925

930

935

940

945

950

955

960

965

970

975

980

985

990

995

1000

1005

1010

1015

1020

1025

1030

1035

1040

1045

1050

1055

1060

1065

1070

1075

1080

1085

1090

1095

1100

1105

1110

1115

1120

1125

1130

1135

1140

1145

1150

1155

1160

1165

1170

1175

1180

1185

1190

1195

1200

1205

1210

1215

1220

1225

1230

1235

1240

1245

1250

1255

1260

1265

1270